

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 1 月 3 1 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 0 2 3 1 4 8
Application Number:

[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 0 2 3 1 4 8]

願 人 三 菱 住 友 シ リ コ ン 株 式 会 社
Applicant(s):

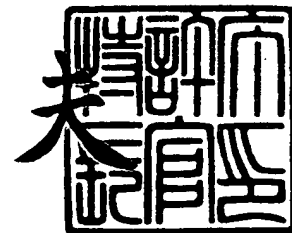
Best Available Copy

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

2 0 0 4 年 1 月 1 4 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 1 1 1 7 3 5

【書類名】 特許願

【整理番号】 P02ML033B

【提出日】 平成15年 1月31日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C30B 29/06
C30B 15/20
H01L 21/208

【請求項の数】 7

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目2番1号 三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 原田 和浩

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目2番1号 三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 鈴木 洋二

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目2番1号 三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 阿部 秀延

【特許出願人】

【識別番号】 302006854

【氏名又は名称】 三菱住友シリコン株式会社

【代理人】

【識別番号】 100085372

【弁理士】

【氏名又は名称】 須田 正義

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 003285

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 シリコン単結晶の製造方法及びこの方法により製造されたシリコン単結晶

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 シリコン融液(12)を貯留する石英るつぼ(13)を所定の回転速度で回転させ、前記シリコン融液(12)から引上げられるシリコン単結晶インゴット(25)を前記石英るつぼ(13)とは逆方向に所定の回転速度で回転させ、前記シリコン単結晶インゴット(25)内が格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる引上げ速度で前記シリコン単結晶インゴット(25)を引上げるシリコン単結晶の製造方法において、

前記シリコン単結晶インゴット(25)のうちトップ側インゴット(25a)の引上げ時の前記石英るつぼ(13)の平均回転速度 $C R_{TAV}$ が、前記シリコン単結晶インゴット(25)のうちボトム側インゴット(25b)の引上げ時の前記石英るつぼ(13)の平均回転速度 $C R_{BAV}$ より速く設定されたことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項 2】 平均回転速度 $C R_{TAV}$ が $5 \sim 10 \text{ rpm}$ の範囲内に設定され、平均回転速度 $C R_{BAV}$ が $3 \sim 8 \text{ rpm}$ の範囲内に設定され、かつ前記平均回転速度 $C R_{TAV}$ と前記平均回転速度 $C R_{BAV}$ との差が $0.1 \sim 7 \text{ rpm}$ の範囲に設定された請求項 1 記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項 3】 シリコン融液(12)を貯留する石英るつぼ(13)を所定の回転速度で回転させ、前記シリコン融液(12)から引上げられるシリコン単結晶インゴット(25)を前記石英るつぼ(13)とは逆方向に所定の回転速度で回転させ、前記シリコン単結晶インゴット(25)内が格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる引上げ速度で前記シリコン単結晶インゴット(25)を引上げるシリコン単結晶の製造方法において、

前記シリコン単結晶インゴット(25)のトップ側インゴット(25a)の引上げ時の前記シリコン単結晶インゴット(25)の平均回転速度 $S R_{TAV}$ 及び前記石英るつぼ(13)の平均回転速度 $C R_{TAV}$ の比 $S R_{TAV} / C R_{TAV}$ が、前記シリコン単結晶インゴット(25)のボトム側インゴット(25b)の引上げ時の前記シリコン単結晶インゴッ

ト(25)の平均回転速度 $S R_{BAV}$ 及び前記石英るつぼ(13)の平均回転速度 $C R_{BAV}$ の比 $S R_{BAV}/C R_{BAV}$ と同一か或いは前記比 $S R_{BAV}/C R_{BAV}$ より小さく設定されたことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項 4】 比 $S R_{TAV}/C R_{TAV}$ が $2.0 \sim 3.6$ の範囲内に設定され、比 $S R_{BAV}/C R_{BAV}$ が $2.0 \sim 1.8$ の範囲内に設定され、かつ（比 $S R_{TAV}/C R_{TAV}$ －比 $S R_{BAV}/C R_{BAV}$ ）が $-1.6 \sim 0$ の範囲に設定された請求項 3 記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項 5】 シリコン融液(12)から引上げられるシリコン単結晶インゴット(25)外周面と石英るつぼ(13)を包囲するヒータ(13)との間に熱遮蔽部材(36)が介装され、

前記熱遮蔽部材(36)が、前記シリコン融液(12)表面から間隔をあけて上方に位置しかつ前記シリコン単結晶インゴット(25)の外周面を包囲する筒部(37)と、前記筒部(37)の下部に筒内の方向に膨出して設けられかつ内部に蓄熱部材(47)が設けられた膨出部(41)とを有し、

前記シリコン単結晶インゴット(25)の直径を d とすると、前記直径 d が 100 mm 以上であり、前記蓄熱部材(47)の内周面の高さ(H_1)を $10 \sim d/2\text{ mm}$ とし、前記蓄熱部材(47)の内周面と前記シリコン単結晶インゴット(25)の外周面との最小間隔(W_1)を $10 \sim 0.2d\text{ mm}$ とする請求項 1 ないし 4 いずれか記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項 6】 膨出部(41)とシリコン単結晶インゴット(25)との間を流下する下記式(1)で求められる不活性ガスの流速指標 S を $2.4 \sim 5.0\text{ m/s}$ とする請求項 1 ないし 5 いずれか記載のシリコン単結晶の製造方法。

$$S = (P_o / E) \times F / A \quad \cdots \cdots (1)$$

ここで、 P_o はチャンバ(11)の外部における大気圧力(Pa)であり、 E は前記チャンバ(11)の内部圧力(Pa)であり、 F は前記チャンバ(11)に供給される室温状態の不活性ガスの圧力 P_o (Pa)における流量($\text{m}^3/\text{秒}$)であり、 A は前記膨出部(41)と前記シリコン単結晶インゴット(25)との間における断面積(m^2)である。

【請求項 7】 請求項 1 ないし 6 いずれかに記載された方法により製造されたシリコン単結晶。

【発明の詳細な説明】**【0 0 0 1】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、シリコン単結晶インゴット内がパーフェクト領域となる引上げ速度で、シリコン融液からシリコン単結晶インゴットを引上げて製造する方法及びこの方法により製造されたインゴットに関するものである。

【0 0 0 2】**【従来の技術】**

従来、シリコン単結晶インゴットの製造方法として、シリコン単結晶インゴットをチョクラルスキー法（以下、C Z 法という。）により引上げる方法が知られている。このC Z 法は、石英るつぼに貯留されたシリコン融液に種結晶を接触させ、石英るつぼ及び種結晶を回転させながら種結晶を引上げることにより、円柱状のシリコン単結晶のインゴットを製造する方法である。

【0 0 0 3】

一方、半導体集積回路を製造する工程において、歩留りを低下させる原因として酸化誘起積層欠陥（Oxidation Induced Stacking Fault、以下、O I S Fという。）の核となる酸素析出物の微小欠陥や、結晶に起因したパーティクル（Crystal Originated Particle、以下、C O Pという。）や、或いは侵入型転位（Interstitial-type Large Dislocation、以下、L Dという。）の存在が挙げられている。O I S Fは、結晶成長時にその核となる微小欠陥が導入され、半導体デバイスを製造する際の熱酸化工程等で顕在化し、作製したデバイスのリーク電流の増加等の不良原因になる。またC O Pは、鏡面研磨後のシリコンウェーハをアンモニアと過酸化水素の混合液で洗浄したときにウェーハ表面に検出される結晶に起因したピットである。このウェーハをパーティクルカウンタで測定すると、このピットも本来のパーティクルとともに光散乱欠陥として検出される。

【0 0 0 4】

このC O Pは電気的特性、例えば酸化膜の経時絶縁破壊特性（Time Dependent dielectric Breakdown、T D D B）、酸化膜耐圧特性（Time Zero Dielectric Breakdown、T Z D B）等を劣化させる原因となる。またC O Pがウェーハ表面

に存在するとデバイスの配線工程において段差を生じ、断線の原因となり得る。そして素子分離部分においてもリーク等の原因となり、製品の歩留りを低くする。更にLDは、転位クラスタとも呼ばれたり、或いはこの欠陥を生じたシリコンウェーハをフッ酸を主成分とする選択エッチング液に浸漬するとピットを生じることから転位ピットとも呼ばれる。このLDも、電気的特性、例えばリーク特性、アイソレーション特性等を劣化させる原因となる。この結果、半導体集積回路を製造するために用いられるシリコンウェーハからOSF、COP及びLDを減少させることが必要となっている。

【0005】

このOSF、COP及びLDを有しない無欠陥のシリコンウェーハを切出すためのシリコン単結晶インゴットの製造方法が開示されている（例えば、特許文献1参照）。一般に、シリコン単結晶インゴットを速い速度で引上げると、インゴット内部に空孔型点欠陥の凝集体が支配的に存在する領域[V]が形成され、インゴットを遅い速度で引上げると、インゴット内部に格子間シリコン型点欠陥の凝集体が支配的に存在する領域[I]が形成される。このため上記製造方法では、インゴットを最適な引上げ速度で引上げることにより、上記点欠陥の凝集体が存在しないパーフェクト領域[P]からなるシリコン単結晶インゴットを製造できるようになっている。

【0006】

【特許文献1】

米国特許第6,045,610号明細書に対応する特開平11-1393号公報

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、上記従来の特許文献1に示されたシリコン単結晶インゴットの製造方法では、シリコン単結晶インゴットとシリコン融液との固液界面近傍での鉛直方向の温度勾配が均一になるように制御する必要がある、この制御はシリコン融液の残量の変化や対流の変化による影響を受けるため、インゴットの直胴部全長にわたって、無欠陥のシリコン単結晶インゴットを製造することは困難であった。

本発明の目的は、比較的容易に上記固液界面近傍での鉛直方向の温度勾配を略均一にすることができ、これによりシリコン単結晶インゴットの引上げ方向に点欠陥の凝集体が発生せず、ほぼ全長及び全径にわたってパーフェクト領域となるシリコン単結晶インゴットを引上げることができる、シリコン単結晶インゴットの製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】

請求項1に係る発明は、図1及び図3に示すように、シリコン融液12を貯留する石英るつぼ13を所定の回転速度で回転させ、シリコン融液12から引上げられるシリコン単結晶インゴット25（以下、単にインゴットという。）を石英るつぼ13とは逆方向に所定の回転速度で回転させ、インゴット25内が格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる引上げ速度でインゴット25を引上げるシリコン単結晶の製造方法の改良である。

その特徴ある構成は、インゴット25のうちトップ側インゴット25aの引上げ時の石英るつぼ13の平均回転速度 CR_{TAV} が、インゴット25のうちボトム側インゴット25bの引上げ時の石英るつぼ13の平均回転速度 CR_{BAV} より速く設定されたところにある。

【0009】

この請求項1に記載されたシリコン単結晶の製造方法では、トップ側インゴット25aの引上げ時における石英るつぼ13の平均回転速度 CR_{TAV} を、ボトム側インゴット25bの引上げ時における石英るつぼ13の平均回転速度 CR_{BAV} より速くすることにより、インゴット25の引上げに伴う石英るつぼ13内のシリコン融液12の減少によるシリコン融液12の対流の変化を最小限に抑制できたものと推定される。この結果、シリコン融液12及びインゴット25の固液界面近傍におけるインゴット25鉛直方向の温度勾配を G とすると、この温度勾配 G がインゴット25のほぼ全長にわたってインゴット25の径方向にほぼ均一に分布するようになり、インゴット25の引上げ方向に点欠陥の凝集体が発生せず、ほぼ全長及び全径にわたってパーフェクト領域となるインゴット25を引上

げることができたものと考えられる。

ここで、本明細書において「パーフェクト領域」には、空孔が優勢な真性点欠陥を含むパーフェクト領域及び格子間シリコンが優勢な真性点欠陥を含むパーフェクト領域が存在する。

なお、上記平均回転速度 $C R_{TAV}$ が $5 \sim 10 \text{ rpm}$ の範囲内に設定され、平均回転速度 $C R_{BAV}$ が $3 \sim 8 \text{ rpm}$ の範囲内に設定され、かつ平均回転速度 $C R_{TAV}$ と平均回転速度 $C R_{BAV}$ との差が $0.1 \sim 7 \text{ rpm}$ の範囲に設定されることが好ましい。

【0010】

請求項 3 に係る発明は、図 1 及び図 3 に示すように、インゴット 25 のトップ側インゴット 25 a の引上げ時のインゴット 25 の平均回転速度 $S R_{TAV}$ 及び石英るつぼ 13 の平均回転速度 $C R_{TAV}$ の比 $S R_{TAV} / C R_{TAV}$ が、インゴット 25 のボトム側インゴット 25 b の引上げ時のインゴット 25 の平均回転速度 $S R_{BAV}$ 及び石英るつぼ 13 の平均回転速度 $C R_{BAV}$ の比 $S R_{BAV} / C R_{BAV}$ と同一か或いは比 $S R_{BAV} / C R_{BAV}$ より小さく設定されたことを特徴とする。

【0011】

この請求項 3 に記載されたシリコン単結晶の製造方法では、トップ側インゴット 25 a の引上げ時の平均回転速度の比 $S R_{TAV} / C R_{TAV}$ を、ボトム側インゴット 25 b の引上げ時の平均回転速度の比 $S R_{BAV} / C R_{BAV}$ と同一か、或いは比 $S R_{BAV} / C R_{BAV}$ より小さく設定したので、インゴット 25 の引上げに伴う石英るつぼ 13 内のシリコン融液 12 の減少によるシリコン融液 12 の対流の変化を最小限に抑制できたものと推定される。この結果、シリコン融液 12 及びインゴット 25 の固液界面近傍におけるインゴット 25 鉛直方向の温度勾配を G とするとき、この温度勾配 G がインゴット 25 のほぼ全長にわたってインゴット 25 の径方向にほぼ均一に分布するようになり、インゴット 25 の引上げ方向に点欠陥の凝集体が発生せず、ほぼ全長及び全径にわたってパーフェクト領域となるインゴット 25 を引上げることができたものと考えられる。

【0012】

なお、上記比 $S R_{TAV} / C R_{TAV}$ が $2.0 \sim 3.6$ の範囲内に設定され、比 $S R$

BAV/C R_{BAV}が2.0～1.8の範囲内に設定され、かつ（比S R_{TAV}/C R_{TAV}－比S R_{BAV}/C R_{BAV}）が－1.6～0の範囲に設定されることが好ましい。

また、図1及び図2に示すように、シリコン融液12から引上げられるインゴット25外周面と石英るつぼ13を包囲するヒータ18との間に熱遮蔽部材36が介装され、熱遮蔽部材36が、シリコン融液12表面から間隔をあけて上方に位置しかつインゴット25の外周面を包囲する筒部37と、筒部37の下部に筒内の方向に膨出して設けられかつ内部に蓄熱部材47が設けられた膨出部41とを有し、インゴット25の直径をdとすると、直径dが100mm以上であり、蓄熱部材47の内周面の高さH₁を10～d/2mmとし、蓄熱部材47の内周面とインゴット25の外周面との最小間隔W₁を10～0.2dmmとすることが好ましい。

【0013】

更に、図1及び図2に示すように、膨出部41とインゴット25との間を流下する下記式(1)で求められる不活性ガスの流速指標Sを2.4～5.0m/sとすることが好ましい。

$$S = (P_o / E) \times F / A \quad \cdots \cdots (1)$$

ここで、P_oはチャンバ11の外部における大気圧力(P_a)であり、Eはチャンバ11の内部圧力(P_a)であり、Fはチャンバ11に供給される室温状態の不活性ガスの圧力P_o(P_a)における流量(m³/秒)であり、Aは膨出部41とインゴット25との間における断面積(m²)である。

【0014】

請求項7に係る発明は、請求項1ないし6いずれかに記載された方法により製造されたシリコン単結晶である。

この請求項7に記載されたインゴットは、その引上げ方向のほぼ全長及び全径にわたって点欠陥の凝集体が存在しないため、ほぼ全長及び全径がパーフェクト領域となる。

【0015】

【発明の実施の形態】

次に本発明の実施の形態の例を図面に基づいて説明する。

図 1 に示すように、シリコン単結晶の引上げ装置 10 のチャンバ 11 内には、シリコン融液 12 を貯留する石英るつぼ 13 が設けられ、この石英るつぼ 13 の外周面は黒鉛サセプタ 14 により被覆される。石英るつぼ 13 の下面は上記黒鉛サセプタ 14 を介して支軸 16 の上端に固定され、この支軸 16 の下部はるつぼ駆動手段 17 に接続される。るつぼ駆動手段 17 は、図示しないが石英るつぼ 13 を回転させる第 1 回転用モータと、石英るつぼ 13 を昇降させる昇降用モータとを有し、これらのモータにより石英るつぼ 13 が所定の方向に回転し得るとともに、上下方向に移動可能となっている。石英るつぼ 13 の外周面は石英るつぼ 13 から所定の間隔をあけてヒータ 18 により包囲され、このヒータ 18 は保温筒 19 により包囲される。ヒータ 18 は石英るつぼ 13 に投入された高純度のシリコン多結晶体を加熱・融解してシリコン融液 12 にする。

【0016】

またチャンバ 11 の上端には円筒状のケーシング 21 が接続される。このケーシング 21 には引上げ手段 22 が設けられる。引上げ手段 22 は、ケーシング 21 の上端部に水平状態で旋回可能に設けられた引上げヘッド（図示せず）と、このヘッドを回転させる第 2 回転用モータ（図示せず）と、ヘッドから石英るつぼ 13 の回転中心に向かって垂下されたワイヤケーブル 23 と、上記ヘッド内に設けられワイヤケーブル 23 を巻取り又は繰出す引上げ用モータ（図示せず）とを有する。ワイヤケーブル 23 の下端にはシリコン融液 12 に浸してシリコン単結晶のインゴット 25 を引上げるための種結晶 24 が取付けられる。

【0017】

更にチャンバ 11 にはこのチャンバ 11 のインゴット側に不活性ガスを供給し、かつ上記不活性ガスをチャンバ 11 のるつぼ内周面側から排出するガス給排手段 28 が接続される。ガス給排手段 28 は一端がケーシング 21 の周壁に接続され他端が上記不活性ガスを貯留するタンク（図示せず）に接続された供給パイプ 29 と、一端がチャンバ 11 の下壁に接続され他端が真空ポンプ（図示せず）に接続された排出パイプ 30 とを有する。供給パイプ 29 及び排出パイプ 30 にはこれらのパイプ 29, 30 を流れる不活性ガスの流量を調整する第 1 及び第 2 流量調整弁 31, 32 がそれぞれ設けられる。

【0018】

一方、引上げ用モータの出力軸（図示せず）にはエンコーダ（図示せず）が設けられ、るつば駆動手段 17 には支軸 16 の昇降位置を検出するエンコーダ（図示せず）が設けられる。2つのエンコーダの各検出出力はコントローラ（図示せず）の制御入力に接続され、コントローラの制御出力は引上げ手段 22 の引上げ用モータ及びるつば駆動手段 17 の昇降用モータにそれぞれ接続される。またコントローラにはメモリ（図示せず）が設けられ、このメモリにはエンコーダの検出出力に対するワイヤケーブル 23 の巻取り長さ、即ちインゴット 25 の引上げ長さが第 1 マップとして記憶される。また、メモリには、インゴット 25 の引上げ長さに対する石英るつば 13 内のシリコン融液 12 の液面レベルが第 2 マップとして記憶される。コントローラは、引上げ用モータにおけるエンコーダの検出出力に基づいて石英るつば 13 内のシリコン融液 12 の液面を常に一定のレベルに保つように、るつば駆動手段 17 の昇降用モータを制御するように構成される。

【0019】

インゴット 25 の外周面と石英るつば 13 の内周面との間にはインゴット 25 の外周面を包囲する熱遮蔽部材 36 が設けられる（図 1 及び図 2）。この熱遮蔽部材 36 は円筒状に形成されヒータ 18 からの輻射熱を遮る筒部 37 と、この筒部 37 の上縁に連設され外方に略水平方向に張り出すフランジ部 38 とを有する。上記フランジ部 38 を保温筒 19 上に載置することにより、筒部 37 の下縁がシリコン融液 12 表面から所定の距離だけ上方に位置するように熱遮蔽部材 36 はチャンバ 11 内に固定される。この実施の形態における筒部 37 は筒状体であり、この筒部 37 の下部には筒内の方向に膨出する膨出部 41 が設けられる。

【0020】

図 2 に示すように、膨出部 41 は、筒部 37 の下縁に接続され水平に延びてインゴット 25 の外周面近傍に達するリング状の底壁 42 と、底壁 42 の内縁に連設された縦壁 44 と、この縦壁 44 の上縁に連設された上壁 46 とにより構成される。この実施の形態では、筒部 37 と底壁 42 は一体的に形成され、上壁 46 と縦壁 44 とが一体的に形成される。筒部 37、底壁 42、縦壁 44 及び上壁 4

6は、熱的に安定で高純度な黒鉛或いは表面にSiCがコーティングされた黒鉛によって作ることが好ましいが、熱的に安定なMo（モリブデン）やW（タングステン）等の材料を使うこともできる。

【0021】

上壁46は水平か、或いは上方に向うに従って直径が大きくなるように形成され、上縁が筒部37に連続するように構成される。なお、筒部37の下部と底壁42と縦壁44と上壁46とにより囲まれる膨出部41の内部にはリング状の蓄熱部材47が設けられる。この実施の形態における蓄熱部材47は、膨出部41の内部にカーボン繊維からなるフェルト材を充填することにより形成される。

【0022】

膨出部41の内部に設けられた蓄熱部材47は、膨出部41を形成する縦壁44によりインゴット25の軸心線に対して平行な内周面が形成され、インゴット25の直径を d mmとするときその蓄熱部材47の内周面の高さ H_1 は $10 \sim d/2$ mmの範囲になるように形成され、蓄熱部材47の内周面とインゴット25の外周面との最小間隔 W_1 は $10 \sim 0.2d$ mmの範囲になるように形成され、更に熱遮蔽部材36の下端とシリコン融液12の表面との間隔 G は $40 \sim 200$ mmの範囲になるように形成される。なお、蓄熱部材47の内周面の高さ H_1 を $10 \sim d/2$ mmの範囲にし、インゴット25の外周面との最小間隔 W_1 を $10 \sim 0.2d$ mmの範囲にし、更に上記間隔 G を $40 \sim 200$ mmの範囲にしたのは、主として膨出部41より下方のシリコン融液近傍におけるインゴット25の周囲は高温のヒータ18及びシリコン融液12によって積極的に加熱され、インゴット25の固液界面付近におけるインゴット25の外周部における急激な温度低下を阻止するためである。

【0023】

このように構成された引上げ装置を用いてインゴットを製造する第1の方法を説明する。

先ず第1及び第2流量調整弁31, 32を調整することによりチャンバ11の上部からチャンバ11の内部に不活性ガスを供給し、熱遮蔽部材36の膨出部41とインゴット25との間を流下する不活性ガスの流速指標 S が $2.4 \sim 5.0$

m/秒となるように、チャンバ 11 内の不活性ガスの流量を調整する。ここで流速指標 S とは、次の式 (1) で求められる値である。

$$S = (P_o / E) \times F / A \quad \dots\dots\dots (1)$$

式 (1) において、 P_o はチャンバ 11 の外部における大気圧力 (P_a) であり、 E はチャンバ 11 の内部圧力 (P_a) であり、 F はチャンバ 11 に供給される室温状態の不活性ガスの圧力 P_o (P_a) における流量 (m^3 /秒) であり、 A は膨出部 41 とインゴット 25 との間における断面積 (m^2) である。

【0024】

このように不活性ガスの流速指標 S が 2.4 ~ 5.0 m/秒となるように流量を調整することにより、不活性ガスによるインゴット 25 の冷却効果や、シリコン融液 12 の冷却により対流を変化させる効果等を生じさせる。なお、膨出部 41 とインゴット 25 との間を流下した不活性ガスはその後シリコン融液 12 表面と熱遮蔽部材 36 下端との間を通過して排出パイプ 30 から外部に排出される。

【0025】

更に石英るつぼ 13 を所定の回転速度で回転させ、種結晶 24 を石英るつぼ 13 とは逆方向に所定の回転速度で回転させながら、シリコン融液 12 に浸した種結晶 24 を引上げることにより、インゴット 25 をシリコン融液 12 から引上げる。種結晶 24 は、インゴット 25 内が格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる所定の引上げ速度プロフィールで引上げられる。

【0026】

またインゴット 25 は、種結晶 24 に連続して引上げられるトップ側インゴット 25 a と、このトップ側インゴットに連続して引上げられるボトム側インゴット 25 b とを有する。トップ側インゴット 25 a 及びボトム側インゴット 25 b の範囲は、引上げられるインゴット 25 の固化率により決定される。具体的には、図 3 に示すように、トップ側インゴット 25 a は固化率が 0.15 ~ 0.30 である部分をいい、ボトム側インゴット 25 b は固化率が 0.50 ~ 0.65 である部分をいう。なお、固化率とは、最初に石英るつぼ 13 に貯留されたシリコン融液 12 の初期チャージ重量に対するインゴット 25 の引上げ重量の割合をい

う。

【0 0 2 7】

ここで、トップ側インゴット 2 5 a の引上げ時における石英るつば 1 3 及びインゴット 2 5 の平均回転速度をそれぞれ $C R_{TAV}$ 及び $S R_{TAV}$ とし、ボトム側インゴット 2 5 b の引上げ時における石英るつば 1 3 及びインゴット 2 5 の平均回転速度をそれぞれ $C R_{BAV}$ 及び $S R_{BAV}$ とする。上記平均回転速度 $C R_{TAV}$ を 5 ～ 1 0 r p m、好ましくは 6 ～ 8 r p m の範囲内に設定し、上記平均回転速度 $C R_{BAV}$ を 3 ～ 8 r p m、好ましくは 5 ～ 7 r p m の範囲内に設定し、かつ平均回転速度 $C R_{TAV}$ と平均回転速度 $C R_{BAV}$ との差を 0. 1 ～ 7 r p m、好ましくは 1 ～ 3 r p m の範囲に設定する。

【0 0 2 8】

平均回転速度 $C R_{TAV}$ を 5 ～ 1 0 r p m の範囲にしたのは、5 r p m 未満では、ピュアマージン ($V_2 - V_1$) (図 9) が小さく、1 0 r p m を越えると酸素がインゴット 2 5 の横断面内で均一に分布しなくなるからである。ここで、ピュアマージンとは、図 9 に示すように、インゴットの横断面全体にわたって O I S F リングの存在しないパーフェクト領域となる臨界引上げ速度 V_2 , V_2' と格子間シリコン型点欠陥の凝集体の発生しない引上げ速度の下限 V_1 , V_1' との差 ($V_2 - V_1$), ($V_2' - V_1'$) をいう。以下、本明細書では、ピュアマージンという場合、($V_2 - V_1$) を代表して記載し、($V_2' - V_1'$) の記載を省略する。

【0 0 2 9】

また平均回転速度 $C R_{BAV}$ を 3 ～ 8 r p m の範囲にしたのは、3 r p m 未満ではシリコン融液 1 2 に磁場を印加しない場合にインゴット 2 5 の単結晶化率が低下するおそれがあり、8 r p m を越えると固液界面の下向きに凸となる度合いが大きくなり固液界面近傍での鉛直方向の温度勾配が径方向に不均一になってピュアマージン ($V_2 - V_1$) (図 9) が小さくなるからである。更に平均回転速度 $C R_{TAV}$ と平均回転速度 $C R_{BAV}$ との差を 0. 1 ～ 7 r p m の範囲にしたのは、0. 1 r p m 未満では平均回転速度 $C R_{TAV}$ と平均回転速度 $C R_{BAV}$ とがほぼ同じになってしまう、7 r p m を越えると酸素がインゴット 2 5 の横断面内で均一に分布しなくなるとともにシリコン融液 1 2 に磁場を印加しない場合にインゴット 2 5

の単結晶化率が低下するおそれがあるからである。

【0030】

なお、石英るつぼ13の回転速度を CR_T から CR_B に変化させるとき、図4の実線で示すようにトップ側インゴット25aからボトム側インゴット25bにかけて徐々に変化させてもよく、或いは図4の一点鎖線で示すようにトップ側インゴット25a及びボトム側インゴット25bの境界部分で急激に変化させてもよい。また石英るつぼ13の回転速度 CR_T 及び CR_B は一定であっても、或いは図4の一点鎖線で示すように変化させてもよい。

【0031】

上記条件でインゴット25を引上げると、トップ側インゴット25aの引上げ時における石英るつぼ13の回転速度 CR_T を、ボトム側インゴット25bの引上げ時における石英るつぼ13の回転速度 CR_B より速くしたので、インゴット25の引上げに伴う石英るつぼ13内のシリコン融液12の減少によるシリコン融液12の対流の変化を最小限に抑制できたものと推定される。この結果、シリコン融液12及びインゴット25の固液界面近傍におけるインゴット25鉛直方向の温度勾配 G がインゴット25のほぼ全長にわたってインゴット25の径方向にほぼ均一に分布するようになり、インゴット25の引上げ方向に点欠陥の凝集体が発生せず、ほぼ全長及び全径にわたってパーフェクト領域となるインゴット25を引上げることができたものと考えられる。

【0032】

次に上記引上げ装置を用いてインゴットを製造する第2の方法を説明する。

先ず第1の方法と同様に、第1及び第2流量調整弁31, 32を調整して、熱遮蔽部材36の膨出部41とインゴット25との間を流下する不活性ガスの流速指標 S が2.4～5.0 m/秒となるように、チャンバ11内の不活性ガスの流量を調整する。次に石英るつぼ13を所定の回転速度で回転させ、種結晶24を石英るつぼ13とは逆方向に所定の回転速度で回転させながら、インゴット25をシリコン融液12から引上げる。このときインゴット25のトップ側インゴット25aの引上げ時のインゴット25の平均回転速度 SR_{TAV} 及び石英るつぼ13の平均回転速度 CR_{TAV} の比 SR_{TAV}/CR_{TAV} を、インゴット25のボトム側

インゴット 2 5 b の引上げ時のインゴット 2 5 の平均回転速度 $S R_{BAV}$ 及び石英るつば 1 3 の平均回転速度 $C R_{BAV}$ の比 $S R_{BAV} / C R_{BAV}$ と同一か、或いは比 $S R_{BAV} / C R_{BAV}$ より小さく設定する。

【0 0 3 3】

具体的には、比 $S R_{TAV} / C R_{TAV}$ を 2. 0 ~ 3. 6、好ましくは 2. 3 ~ 3. 0 の範囲内に設定し、比 $S R_{BAV} / C R_{BAV}$ を 2. 0 ~ 1 8、好ましくは 2. 3 ~ 5. 0 の範囲内に設定し、かつ（比 $S R_{TAV} / C R_{TAV}$ - 比 $S R_{BAV} / C R_{BAV}$ ）を - 1 6 ~ 0、好ましくは - 1. 5 ~ 0 の範囲に設定する。ここで、比 $S R_{TAV} / C R_{TAV}$ を 2. 0 ~ 3. 6 の範囲にしたのは、2. 0 未満では酸素がインゴット 2 5 の横断面内で均一に分布しなくなり、3. 6 を越えるとピュアマージン（ $V_2 - V_1$ ）（図 9）が小さくなるからである。また比 $S R_B / C R_B$ を 2. 0 ~ 1 8 の範囲にしたのは、2. 0 未満ではピュアマージン（ $V_2 - V_1$ ）（図 9）が小さくなり、1 8 を越えるとシリコン融液 1 2 に磁場を印加しない場合にインゴット 2 5 の単結晶化率が低下するおそれがあるからである。更に（比 $S R_{TAV} / C R_{TAV}$ - 比 $S R_{BAV} / C R_{BAV}$ ）を - 1 6 ~ 0 の範囲にしたのは、- 1 6 未満ではインゴット 2 5 の引上げ中の変化が大きすぎてインゴット 2 5 の単結晶化が困難になるおそれがあり、0 を越えるとトップ側インゴット 2 5 a とボトム側インゴット 2 5 b でピュアマージン（ $V_2 - V_1$ ）（図 9）が十分に得られなくなるからである。なお、平均回転速度 $S R_{TAV}$ を 1 8 ~ 2 0 r p m の範囲内に設定し、平均回転速度 $C R_{TAV}$ を 6 ~ 8 r p m の範囲内に設定し、平均回転速度 $S R_{BAV}$ を 1 8 ~ 2 0 r p m の範囲内に設定し、更に平均回転速度 $C R_{BAV}$ を 5 ~ 7 r p m の範囲内に設定することが好ましい。

【0 0 3 4】

上記条件でインゴット 2 5 を引上げると、インゴット 2 5 の引上げに伴う石英るつば 1 3 内のシリコン融液 1 2 の減少によるシリコン融液 1 2 の対流の変化を最小限に抑制できたものと推定される。この結果、シリコン融液 1 2 及びインゴット 2 5 の固液界面近傍におけるインゴット 2 5 鉛直方向の温度勾配 G がインゴット 2 5 のほぼ全長にわたってインゴット 2 5 の径方向にほぼ均一に分布するようになり、インゴット 2 5 の引上げ方向に点欠陥の凝集体が発生せず、ほぼ全長

及び全径にわたってパーフェクト領域となるインゴット 2 5 を引上げることができたものと考えられる。

【0 0 3 5】

【実施例】

次に本発明の実施例を比較例とともに詳しく説明する。

＜実施例 1＞

先ず図 1 に示す引上げ装置 1 0 を用いてポリシリコン（シリコン多結晶）原料 1 2 0 k g をチャージし、直径約 2 0 0 m m のインゴット 2 5 を引上げた。次にトップ側インゴット 2 5 a の引上げ時における石英るつぼ 1 3 及びインゴット 2 5 の回転速度をそれぞれ $C R_T$ 及び $S R_T$ とし、ボトム側インゴット 2 5 b の引上げ時における石英るつぼ 1 3 及びインゴット 2 5 の回転速度をそれぞれ $C R_B$ 及び $S R_B$ とするとき、石英るつぼ 1 3 の回転速度を図 5 に示すように変化させ、インゴット 2 5 の回転速度はインゴットの全長にわたって 1 8 r p m と一定にした。このようにして所定の変量引上げ速度で引上げたインゴットを実施例 1 とした。

【0 0 3 6】

＜実施例 2＞

インゴットの回転速度を図 6 に示すように変化させたことを除いて、実施例 1 と同様にしてインゴットを引上げた。このインゴットを実施例 2 とした。

＜比較例 1＞

石英るつぼ 1 3 の回転速度を図 7 に示すように変化させ、インゴットの回転速度を図 8 に示すように変化させたことを除いて、実施例 1 と同様にしてインゴットを引上げた。このインゴットを比較例 1 とした。

【0 0 3 7】

＜比較試験及び評価＞

実施例 1、実施例 2 及び比較例 1 のインゴットを軸方向にスライスした後に、所定の熱処理を行ってライフタイムを測定し、図 9 に示すピュアマージン ($V_2 - V_1$) を求めた。その結果を表 1 に示す。なお、表 1 において、ピュアマージン ($V_2 - V_1$) は、比較例 1 のトップ側インゴットのピュアマージン ($V_2 - V_1$)

) を基準として表した。

【0038】

【表1】

	トップ側インゴット				ボトム側インゴット			
	SR _T (rpm)	CR _T (rpm)	SR _T /CR _T	V ₂ -V ₁ (mm/分)	SR _B (rpm)	CR _B (rpm)	SR _B /CR _B	V ₂ -V ₁ (mm/分)
実施例1	18	7	2.57	1.67	18	5	3.60	1.67
実施例2	20	7	2.86	1.67	18	5	3.60	1.67
比較例1	22	5	4.40	1.00	18	8.2	2.20	1.27

【0039】

表1から明らかなように、比較例1のピュアマージンはトップ側インゴットの引上げ時及びボトム側インゴットの引上げ時にそれぞれに1.00及び1.27と小さかったのに対し、実施例1及び2のピュアマージンはトップ側インゴットの引上げ時及びボトム側インゴットの引上げ時のいずれも1.67と大きくなった。

【0040】

【発明の効果】

以上述べたように、本発明によれば、トップ側インゴットの引上げ時の石英るつばの平均回転速度を、ボトム側インゴットの引上げ時の石英るつばの平均回転速度より速く設定したので、インゴットの引上げに伴う石英るつば内のシリコン融液の減少によるシリコン融液の対流の変化を最小限に抑制できたものと推定される。この結果、シリコン融液及びインゴットの固液界面近傍におけるインゴット鉛直方向の温度勾配がインゴットのほぼ全長にわたってインゴットの径方向にほぼ均一に分布するようになり、インゴットの引上げ方向に点欠陥の凝集体が発生せず、ほぼ全長及び全径にわたってパーフェクト領域となるインゴットを引上げることができたものと考えられる。

【0041】

またトップ側インゴットの引上げ時のインゴットの平均回転速度及び石英るつ

ばの平均回転速度の比 S_{RTAV}/C_{RTAV} を、ボトム側インゴットの引上げ時のインゴットの平均回転速度及び石英るつぼの平均回転速度の比 S_{RBAV}/C_{RBAV} と同一か、或いはこの比 S_{RBAV}/C_{RBAV} より小さく設定することにより、上記と同様の効果が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の方法に使用する引上げ装置の断面構成図。

【図 2】

その装置の熱遮蔽部材を示す図 1 の A 部拡大断面図。

【図 3】

その装置により引上げられるインゴットを示す図。

【図 4】

そのインゴットの固化率の変化に対する石英るつぼの回転速度の変化を示す図。

【図 5】

実施例 1 のインゴットの固化率の変化に対する石英るつぼの回転速度の変化を示す図。

【図 6】

実施例 2 のインゴットの固化率の変化に対するインゴットの回転速度の変化を示す図。

【図 7】

比較例 1 のインゴットの固化率の変化に対する石英るつぼの回転速度の変化を示す図。

【図 8】

比較例 1 のインゴットの固化率の変化に対するインゴットの回転速度の変化を示す図。

【図 9】

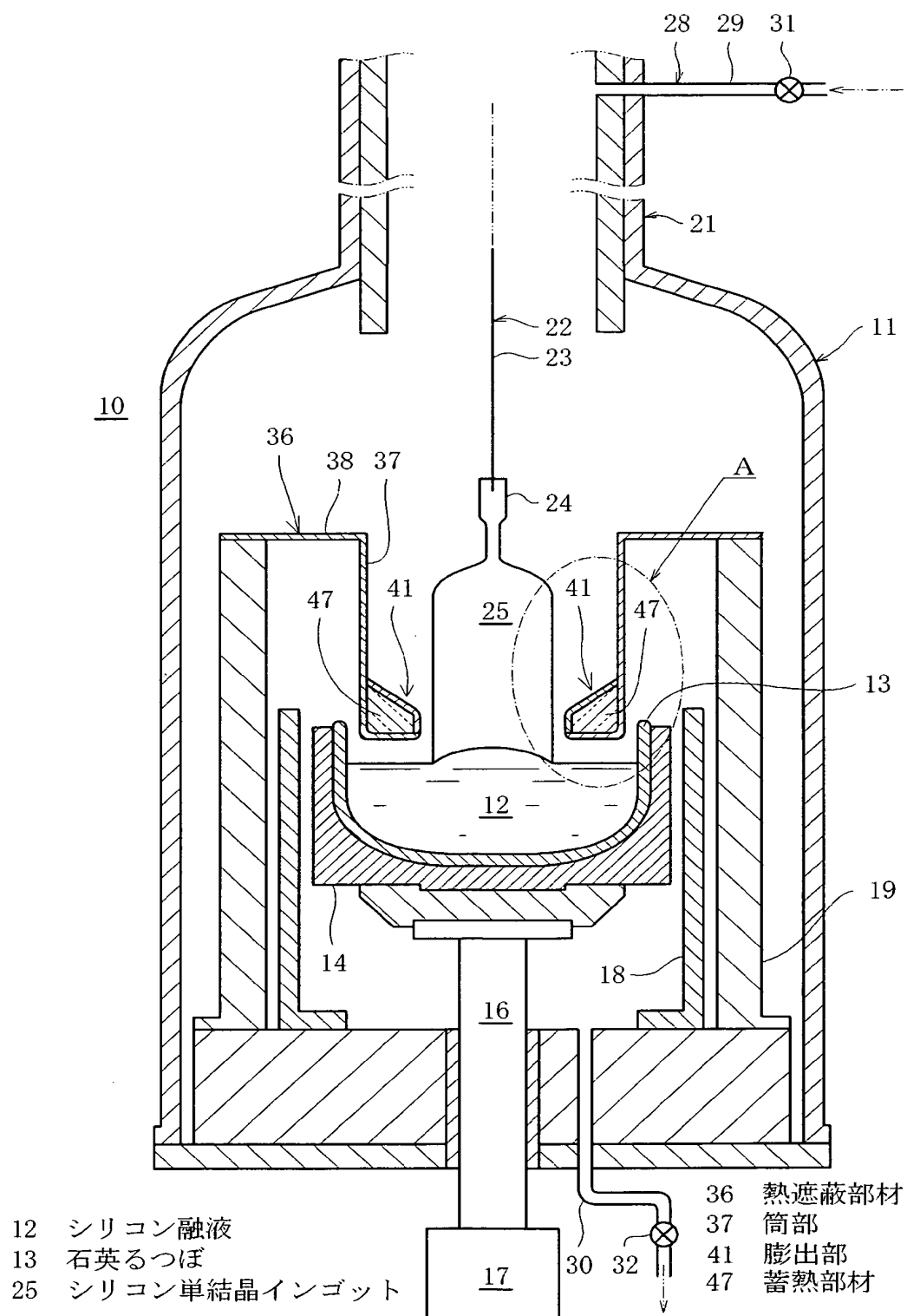
そのインゴットを所定の変量引上げ速度で引上げたときのインゴット内の格子間シリコン及び空孔の分布領域を示す説明図。

【符号の説明】

- 1 3 石英るつぼ
- 1 2 シリコン融液
- 2 5 シリコン単結晶のインゴット
- 2 5 a トップ側インゴット
- 2 5 b ボトム側インゴット
- 3 6 熱遮蔽部材
- 3 7 筒部
- 4 1 膨出部
- 4 7 蓄熱部材

【書類名】 図面

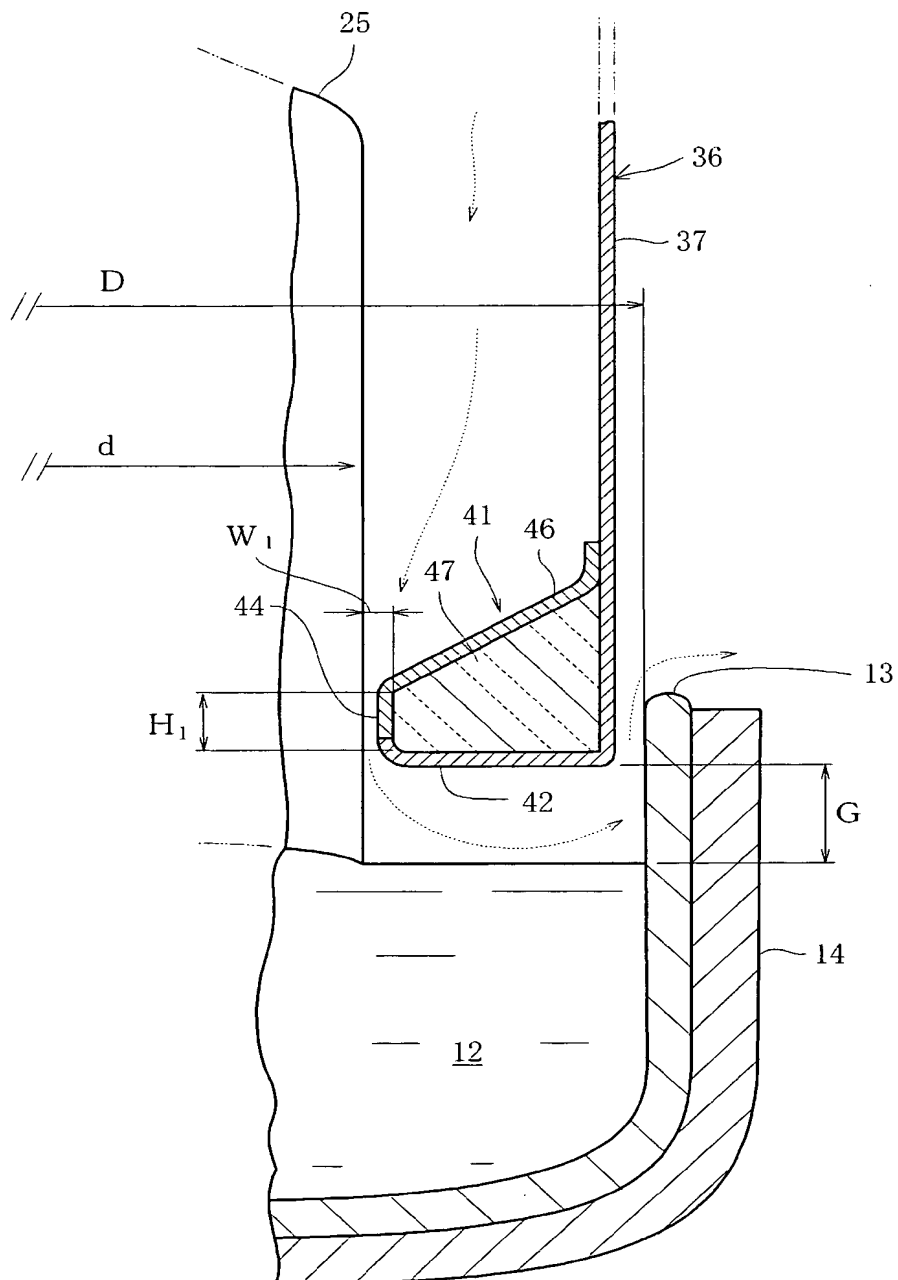
【図 1】



12 シリコン融液
13 石英るつぼ
25 シリコン単結晶インゴット

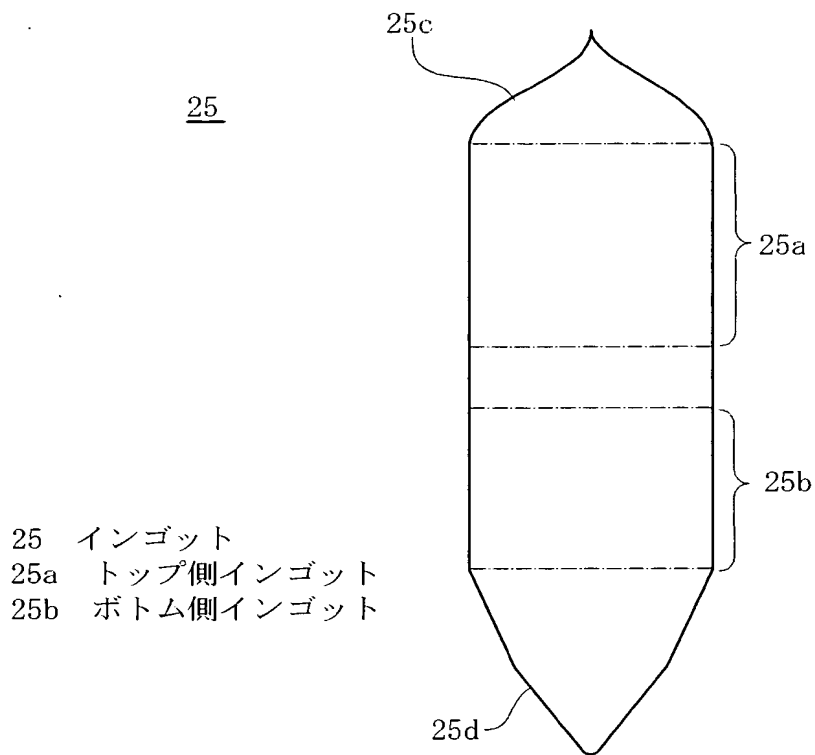
36 熱遮蔽部材
37 筒部
41 膨出部
47 蓄熱部材

【図 2】

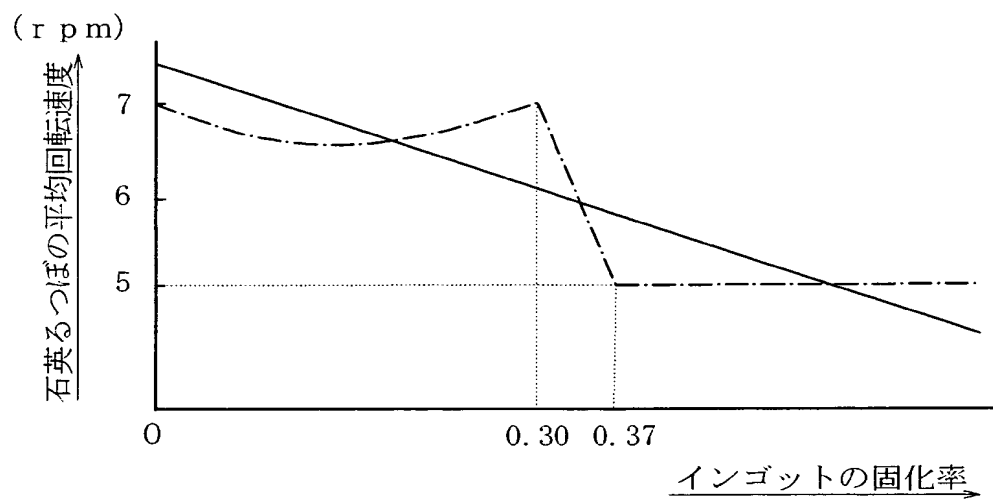


d インゴットの直径
 H_1 蓄熱部材の内周面の高さ
 W_1 蓄熱部材とインゴットの外周面との最小間隔

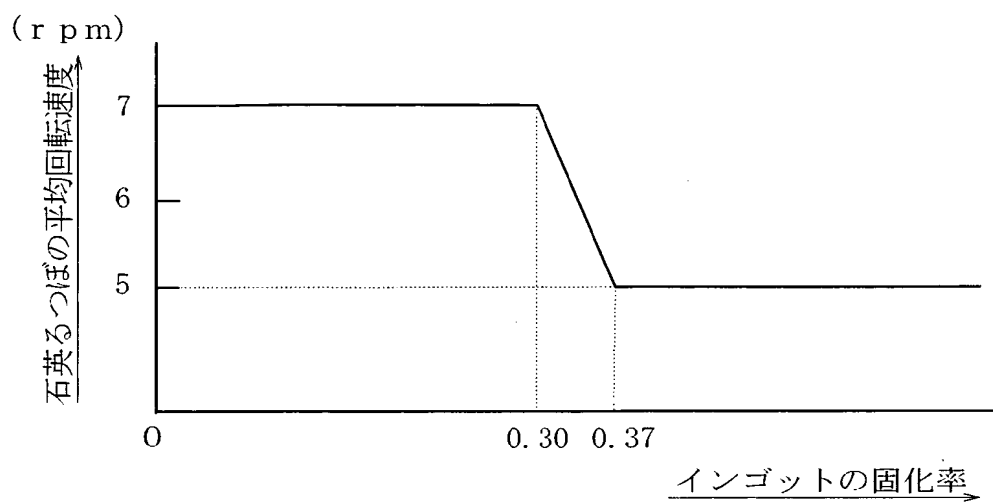
【図 3】



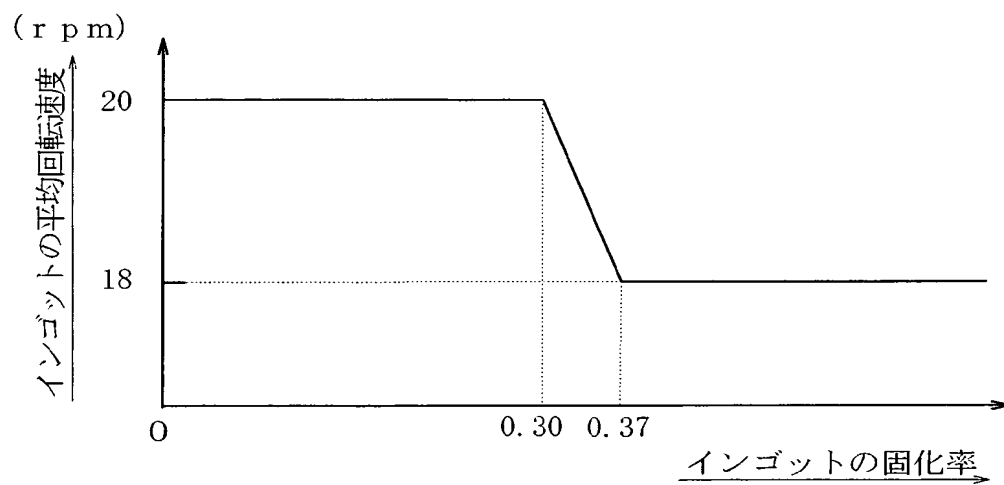
【図 4】



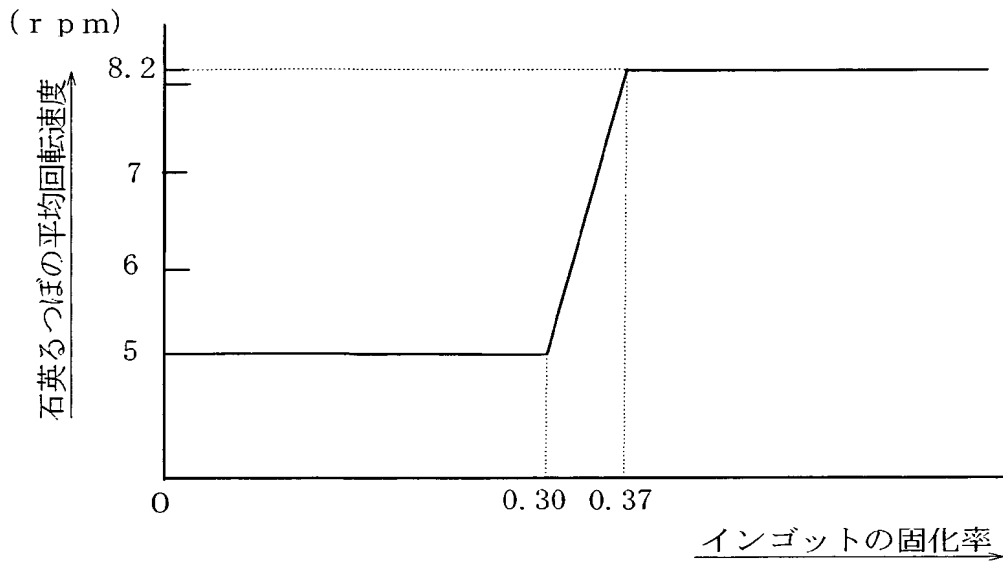
【図 5】



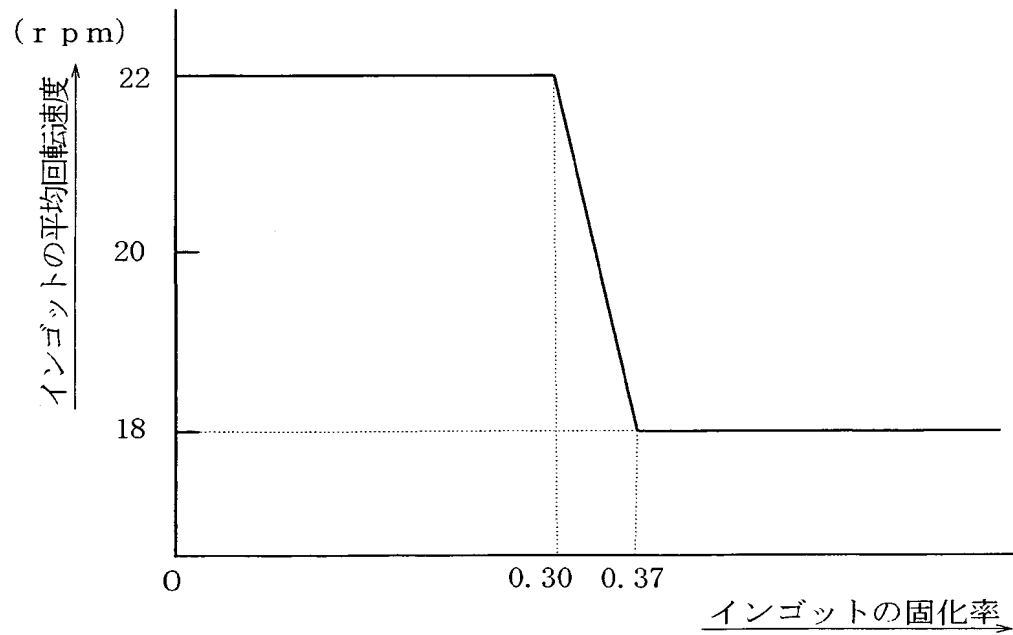
【図 6】



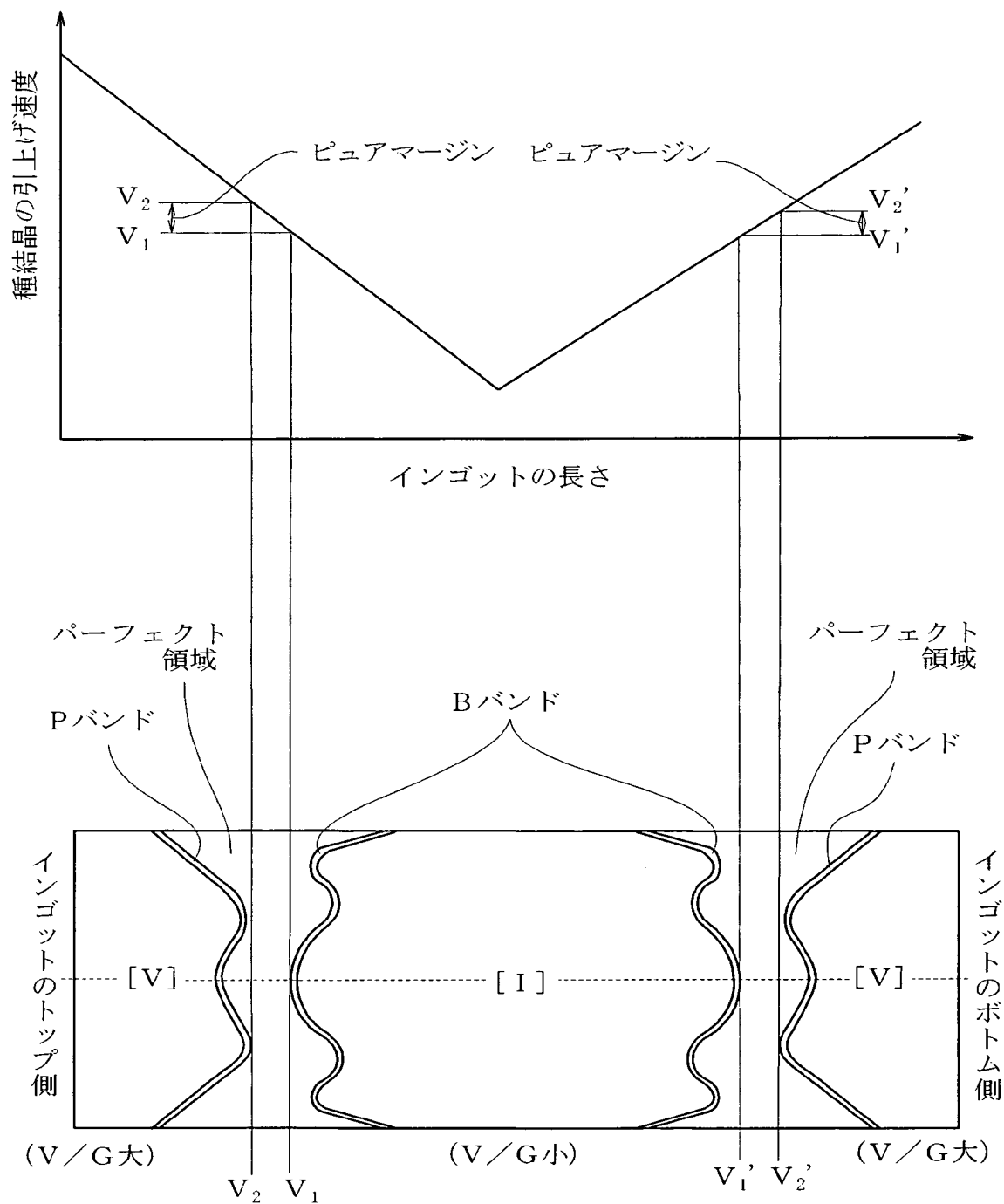
【図 7】



【図 8】



【図 9】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 インゴットの引上げ方向に点欠陥の凝集体が発生せず、ほぼ全長及び全径にわたりパーフェクト領域となるシリコン単結晶インゴットを引上げる。

【解決手段】 シリコン融液 12 を貯留する石英るつぼ 13 を所定の回転速度で回転させ、シリコン融液 12 から引上げられるシリコン単結晶インゴット 25 を石英るつぼ 13 とは逆方向に所定の回転速度で回転させて、シリコン単結晶インゴット 25 内が格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体の存在しないパーフェクト領域となる引上げ速度でシリコン単結晶インゴット 25 を引上げる。シリコン単結晶インゴット 25 のうちトップ側インゴットの引上げ時の石英るつぼ 13 の平均回転速度 $C R_{TAV}$ が、シリコン単結晶インゴット 25 のうちボトム側インゴットの引上げ時の石英るつぼ 13 の平均回転速度 $C R_{BAV}$ より速く設定される。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 3 - 0 2 3 1 4 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[3 0 2 0 0 6 8 5 4]

1. 変更年月日

2 0 0 2 年 1 月 3 1 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号

氏 名

三菱住友シリコン株式会社